

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑪ DE 3634242 C1

⑳ Aktenzeichen: P 36 34 242.4-24
㉑ Anmeldetag: 8. 10. 88
㉒ Offenlegungstag: —
㉓ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 18. 2. 88

⑤1 Int. Cl. 4:
C22F 1/14
B 21 B 1/16
B 21 C 1/00
B 21 J 1/06

Behördeneigentum

DE 3634242 C1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉔ Patentinhaber:

W.C. Heraeus GmbH, 6450 Hanau, DE

㉕ Erfinder:

Thom, Manfred, 6454 Bruchköbel, DE; Wolf,
Heinrich, 6462 Hailer, DE; Kohl, Wolfgang, Dr., 6458
Rodenbach, DE

⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:
NICHTS ERMITTELT

⑤4 Verfahren zur Herstellung eines metallischen Halbzeugs

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines metallischen Halbzeugs. Dabei wird ein barrenförmiges Ausgangsmaterial zunächst kalt verformt, anschließend einer Langzeit-Temperaturbehandlung unterworfen und dann auf Endmaß verformt.

DE 3634242 C1

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines metallischen Halbzeugs, wie Blech, Draht, Band oder Rohr, aus einem durch einen Schmelzprozeß hergestellten barrenförmigen Ausgangsmaterial, das eine Schmelztemperatur oberhalb 800°C besitzt und aus der Gruppe Nickel, Tantal, Niob, Kupfer, Gold, Silber, Platin, Palladium und Legierungen dieser Metalle — ausgenommen die aushärtbaren —, insbesondere Niob 99%-Zirkonium 1%, Silber 97%-Kupfer 3%, Silber 90%-Kupfer 10%, Gold 92%-Silber 8%, Gold 90%-Silber 10%, Gold 95%-Nickel 5%, Palladium 70%-Silber 30%, Palladium 50%-Silber 50%, Platin 99 bis 80%-Rhodium 1 bis 20%, ausgewählt wird und abgesehen von üblichen Verunreinigungen bzw. dem Legierungszusatz metallisch rein ist, durch Umformen, wie Schmieden, Walzen, oder Ziehen, und unter einer Zwischenbehandlung bei erhöhter Temperatur, dadurch gekennzeichnet, daß das Ausgangsmaterial um mindestens 80%, bezogen auf seine Ausgangsmaße, in einem oder mehreren Schritten kaltverformt, anschließend mindestens einer Temperaturbehandlung im Bereich von 150 bis 350°C während einer Dauer von mindestens 10 Stunden unterworfen und danach dieses so erhaltene Zwischenprodukt in mehreren Schritten ohne Zwischenglühung auf Endmaß kaltverformt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturbehandlung während einer Dauer von etwa 14 Stunden durchgeführt wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Zwischenprodukt um mehr als 90%, bezogen auf seine Ausgangsmaße, kaltverformt wird.

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines metallischen Halbzeugs, wie Blech, Draht, Band oder Rohr aus einem durch einen Schmelzprozeß hergestellten barrenförmigen Ausgangsmaterial, das eine Schmelztemperatur oberhalb 800°C besitzt, durch Umformen, wie Schmieden, Walzen oder Ziehen und unter einer Zwischenbehandlung bei erhöhter Temperatur.

Es ist bekannt, einen Draht aus metallisch reinem Platin, das nur übliche Verunreinigungen enthält, in der Weise herzustellen, daß man einen gegossenen Barren durch Rundhämmern, d. h. Schmieden, anschließendes Walzen im Rautenkaliber und Ziehen zum Draht umformt. Meist wird eine Kombination der verschiedenen Verfahrensschritte angewandt. Mit zunehmendem Umformgrad verfestigt sich das Platin sehr stark, d. h. die zur weiteren Umformung benötigte Fließspannung sowie die Zugfestigkeit steigen an. Damit verbunden ist nicht nur ein erhöhter Energiebedarf für den Umformprozeß, sondern auch der Aufbau von Eigenspannungen, die zur Ribbildung und damit zum Ausfall des Platins führen können. Um das Platin wieder in einen plastischen Zustand zu versetzen, bevor es durch Ribbildung ausfällt, werden Zwischenglühungen in Form von Rekristallisationsglühungen bei Temperaturen von etwa 700°C während etwa 2 Stunden in das Fertigungsverfahren eingeschaltet, wodurch sich eine leichtere Umformbarkeit ergibt und sich größere Querschnittsab-

nahmen erzielen lassen. Da Oberflächenverunreinigungen beim Walzen und Ziehen stets auftreten, besteht bei jeder Rekristallisationsglühung die Gefahr des Eindiffundierens von unerwünschten metallischen Verunreinigungen, wie z. B. Eisen, Nickel oder Chrom. Daher wird vor jeder Zwischenglühung der Platinstrang abgebeizt.

Ähnliche Verhältnisse, wie sie vorstehend am Beispiel der Herstellung eines Platin-Drahtes aus einem gegossenen Platin-Barren aufgezeigt wurden, treten auch bei Nickel, Tantal, Niob, Kupfer, Gold, Silber, Palladium bzw. Legierungen dieser Metalle — ausgenommen die aushärtbaren —, insbesondere bei Niob 99%-Zirkonium 1%, Silber 97%-Kupfer 3%, Silber 90%-Kupfer 10%, Gold 92%-Silber 8%, Gold 90%-Silber 10%, Gold 95%-Nickel 5%, Palladium 70%-Silber 30%, Palladium 50%-Silber 50%, Platin 99 bis 80%-Rhodium 1 bis 20%, auf.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung eines metallischen Halbzeugs mit gleichmäßig feinkörnigem Metallgefüge ohne kornfeinende Zusatzstoffe aus einem gegossenen Metallbarren bereitzustellen.

Gelöst wird diese Aufgabe für das im Oberbegriff des Patentanspruchs 1 charakterisierte Verfahren erfindungsgemäß dadurch, daß das Ausgangsmaterial um mindestens 80%, bezogen auf seine Ausgangsmaße, kaltverformt, anschließend mindestens einer Temperaturbehandlung im Bereich von 150 bis 350°C während einer Dauer von mindestens 10 Stunden unterworfen und danach dieses so erhaltene Zwischenprodukt in mehreren Schritten ohne Zwischenglühung auf Endmaß kaltverformt wird.

Bevorzugt wird die Langzeit-Temperaturbehandlung während einer Dauer von etwa 14 Stunden durchgeführt.

Während bei einer Zwischenglühung in Form einer Rekristallisationsglühung Gefügeänderungen auftreten durch Bildung von Rekristallisationskeimen und deren Wachstum, tritt bei der Temperaturbehandlung gemäß der Erfindung nur ein Ausheilen und Umordnen von Gitterfehlern, wie Punktdefekten und Versetzungen, auf und es ist ferner mit dieser Temperaturbehandlung ein Abbau von Spannungen verbunden.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren hat es sich bewährt, daß das nach der Temperaturbehandlung vorliegende Zwischenprodukt um mehr als 90%, bezogen auf seine Ausgangsmaße, kaltverformt wird. Diese Kaltverformung bis auf Endmaß erfolgt zweckmäßigerweise in mehreren Einzelschritten, wobei keine Zwischenglühung zwischen den Einzelschritten eingeschaltet ist.

Das Ergebnis des erfindungsgemäßen Verfahrens ist ein Halbzeug mit sehr feinem Korn, das beispielsweise beim Herstellen eines Drahtes als Halbzeug in Ziehrichtung teilweise eine Streckung aufweist. Es ist kostengünstiger, weil Rekristallisationsglühungen erspart werden und auch die Gefahr des Eindiffundierens von Verunreinigungen, wie sie beim Rekristallisationsglühen auftreten können, vermieden werden. Das Gefüge eines erfindungsgemäß hergestellten Halbzeugs aus Platin ist stabil bis zu einer Glühtemperatur von etwa 1200°C. Die Festigkeit von erfindungsgemäß hergestelltem Halbzeug ist höher nach der Umformung auf Endmaß als die Festigkeit von Halbzeug, das unter Einschaltung von Rekristallisationsglühungen in das Fertigungsverfahren hergestellt ist. Wenn erfindungsgemäß hergestelltes Halbzeug schließlich nach Verformung auf Endmaß noch einer Schlußglühung unterworfen wird, so ist seine Festigkeit vergleichbar mit herkömmlich herge-

stelltem Halbzeug, jedoch besitzt das erfindungsgemäß hergestellte Halbzeug infolge seiner Feinkörnigkeit eine höhere Dehnung, die beispielsweise bei einem Platin-Draht bis zu 35% beträgt bei einem Drahtdurchmesser von 0,3 mm.

Nachfolgend wird die Erfindung an fünf Ausführungsbeispielen beschrieben:

Zur Herstellung eines Platin-Drahtes wurde ein gegossener Platin-Barren verwendet, dessen Reinheit 99,999% beträgt. Die Abmessungen des Barrens waren 30 mm × 30 mm × 200 mm. Er wurde in Rautenkalibern auf den Querschnitt 3,4 mm × 3,4 mm kaltgewalzt. Dies Produkt wurde während einer Zeitdauer von 14 Stunden auf einer Temperatur von 300°C gehalten. Das so gewonnene Zwischenprodukt wurde dann durch Ziehen in mehreren Schritten auf einen Enddurchmesser von 0,5 mm kaltverformt. Der so hergestellte Platin-Draht hat eine Festigkeit von etwa 650 N/mm². Zur Sichtbarmachung des feinkörnigen Gefüges wurde der Draht bei 700°C etwa 2 Stunden geglüht. Abb. 1 zeigt ein Querschnitts-Schliffbild durch den Draht nach dieser Glühung. Die Festigkeit des Drahtes betrug dann etwa 150 N/mm². Ein Vergleich der Thermospannung des Ausgangsmaterials mit der des erfindungsgemäß behandelten Materials hat keine meßbare Abweichung ergeben, woraus ersichtlich wird, daß keine Verunreinigungen während des erfindungsgemäßen Herstellverfahrens in den Platin-Draht gelangt sind.

Zur Herstellung eines Tantal-Drahtes wurde ein elektronenstrahl-erschmolzener Tantal-Barren verwendet, dessen Reinheit 99,99% beträgt. Die Abmessungen des Barrens waren: Durchmesser 68 mm, Länge 100 mm. Er wurde in Rautenkalibern auf den Querschnitt 10 mm × 10 mm kaltgewalzt. Dieses Produkt wurde mit einem Mantel aus einer Kupfer-Zinn-Legierung versehen und danach während einer Zeitdauer von 14 Stunden auf einer Temperatur von 300°C gehalten. Das so gewonnene Zwischenprodukt wurde dann durch Ziehen in mehreren Schritten auf einen Enddurchmesser vom Tantal-Draht von 0,1 mm kaltverformt; dabei wurde einmal zwischen zwei Verformungsschritten die vorstehend beschriebene Temperaturbehandlung wiederholt, um die Brüchigkeit des Mantelwerkstoffs aufzuheben. Schließlich wurde der Mantel aus der Kupfer-Zinn-Legierung durch Beizen entfernt, wodurch der blanke Tantal-Draht vorlag. Der so gewonnene Tantal-Draht mit dem Durchmesser von 0,1 mm hatte eine Festigkeit von etwa 2100 N/mm². Zur Sichtbarmachung des feinkörnigen Gefüges wurde dieser Draht unter Vakuum von 10⁻⁴ bar bei einer Temperatur von 950°C während 1 Stunde geglüht. Abb. 2 zeigt ein Schliffbild durch den Draht in Längsrichtung nach dieser Glühung. Die Festigkeit des Drahtes betrug dann etwa 370 N/mm².

Zur Herstellung eines Drahtes aus einer Palladium-Silber-Legierung mit einem Silbergehalt von 30 Gew.-% wurde von einem im Strang gegossenen Barren ausgegangen, der einen Durchmesser von 7 mm und eine Länge von 100 mm aufwies. Dieser Barren wurde in mehreren Ziehschritten auf einen Durchmesser von 3 mm kaltverformt und anschließend während einer Zeitdauer von 14 Stunden auf einer Temperatur von 250°C gehalten. Das erhaltene Zwischenprodukt wurde dann in mehreren Schritten auf einen Enddurchmesser von 0,95 mm gezogen. Die Festigkeit des auf Enddurchmesser gezogenen Drahtes betrug 670 N/mm². Zur Sichtbarmachung des feinkörnigen Gefüges wurde eine Schlußglühung bei 600°C unter Wasserstoff-Atmosphäre

während einer Dauer von 45 Minuten durchgeführt. Die Festigkeit des Drahtes betrug dann 310 N/mm². Abb. 3 zeigt ein Querschnitts-Schliffbild des Drahtes nach der Schlußglühung.

Zur Herstellung eines Drahtes aus einer Gold-Nickel-Legierung mit einem Nickel-Gehalt von 5 Gew.-% wurde von einem im Strang gegossenen Barren ausgegangen, der einen Durchmesser von 7 mm und eine Länge von 100 mm aufwies. Dieser Barren wurde in mehreren Ziehschritten auf einen Durchmesser von 3 mm kaltverformt und anschließend während einer Zeitdauer von 14 Stunden auf einer Temperatur von 250°C gehalten. Das erhaltene Zwischenprodukt wurde dann in mehreren Schritten auf einen Enddurchmesser von 0,95 mm gezogen. Die Festigkeit des auf Enddurchmesser gezogenen Drahtes betrug 690 N/mm². Zur Sichtbarmachung des feinkörnigen Gefüges wurde eine Schlußglühung bei 550°C unter Wasserstoff-Atmosphäre während einer Dauer von 45 Minuten durchgeführt. Die Festigkeit des Drahtes betrug dann 400 N/mm². Abb. 4 zeigt ein Querschnitts-Schliffbild des Drahtes nach der Schlußglühung.

Aus einem gegossenen Barren einer Platin-Rhodium-Legierung mit einem Rhodiumgehalt von 10 Gew.-%, der die Abmessungen 40 mm × 40 mm × 200 mm besaß, wurde ein Draht hergestellt. Dabei wurde der Barren zunächst in Rautenkalibern auf den Querschnitt 3,8 × 3,8 mm kaltgewalzt. Hieran schloß sich eine Temperaturbehandlung bei 700°C für eine Zeitdauer von 2 Stunden an. Danach wurde das so erhaltene Zwischenprodukt in mehreren Schritten auf einen Durchmesser von 1 mm gezogen, bei einer Temperatur von 350°C während 14 Stunden gehalten und anschließend auf einen Durchmesser von 0,12 mm gezogen. Die Festigkeit im harten Zustand beim Durchmesser von 0,12 mm betrug 1450 N/mm², die Festigkeit nach einer anschließenden Glühung bei 900°C während einer Stunde betrug 320 N/mm². Abb. 5 zeigt ein Querschnitts-Schliffbild nach der Schlußglühung.

Hierzu 2 Blatt Zeichnungen

- Leerseite -

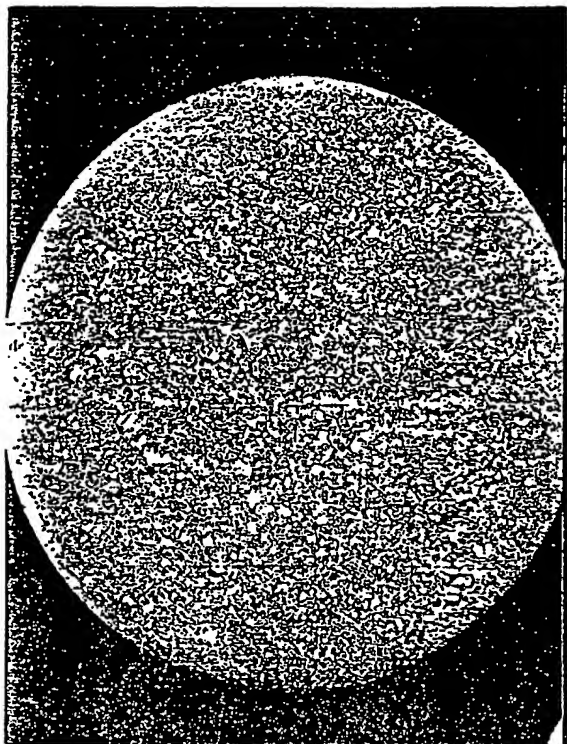


Abb. 4

Draht aus einer Gold95%-
Nickel5%-Legierung

Vergrößerung 100:1

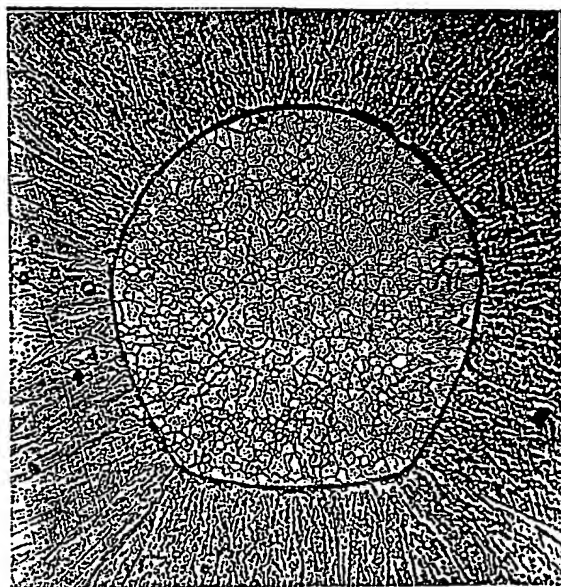


Abb. 5

Draht aus einer Platin90%-
Rhodium10%-Legierung

Vergrößerung 500:1

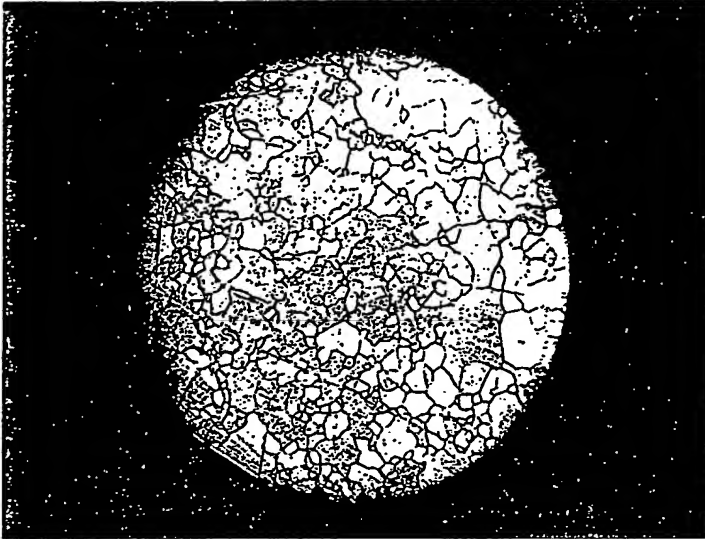


Abb. 1

Pt-Draht

Vergrößerung 100:1

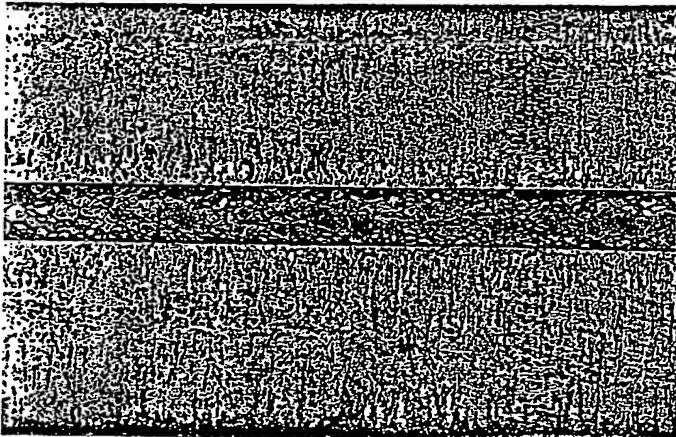


Abb. 2

Ta-Draht

Vergrößerung 100:1

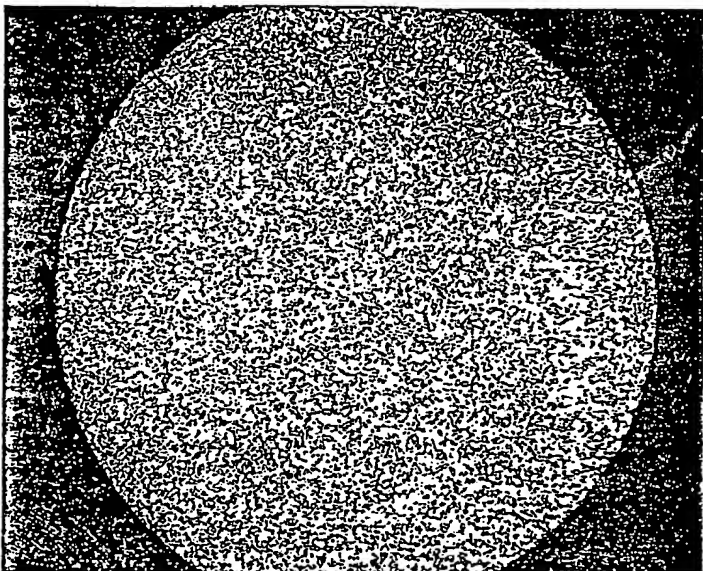


Abb. 3

Draht aus einer Palladium70%-
Silber30%-Legierung

Vergrößerung 100:1